

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

46
44

(11)Publication number : 07-157788

(43)Date of publication of application : 20.06.1995

(51)Int.Cl.

C10M169/04
// (C10M169/04
C10M107:50
C10M145:14)
C10N 20:06
C10N 40:04
C10N 70:00

(21)Application number : 05-308315

(71)Applicant : NIPPON MEKTRON LTD

(22)Date of filing : 08.12.1993

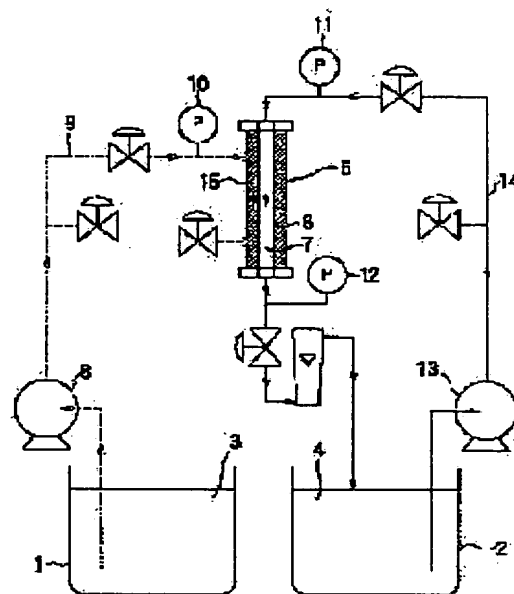
(72)Inventor : YOSHIMURA RYOICHI
MIKAMI MITSUSACHI
AKATSUKA TAKATOSHI

(54) PRODUCTION OF ELECTROVISCOUS FLUID

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the fluid having sufficient electroviscous effect, comprising particles having a narrow particle size distribution and particle diameters capable of readily controlled, by using membrane emulsifying device as a means for dispersing a dispersion medium comprising a hydrophobic, electroviscous liquid.

CONSTITUTION: This electroviscous is obtained by dispersing (B) a hydrophilic monomer 3 into (A) a hydrophobic, electroviscous liquid 4 to form a reverse micelle or a water-in-oil microemulsion and, in polymerizing the component B in the component A, using a membrane emulsifying device as a dispersion medium. A solution obtained by dissolving an organic functional group modified silicone oil in the component A is used as the dispersion medium 4, and a porous glass membrane module 5 is preferably used as a membrane 6 in the membrane emulsifying device.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

14.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-157788

(43) 公開日 平成7年(1995)6月20日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 M 169/04		9159-4H		
// (C 1 0 M 169/04				
107:50				
145:14)				
C 1 0 N 20:06				

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 4 頁) 最終頁に続く

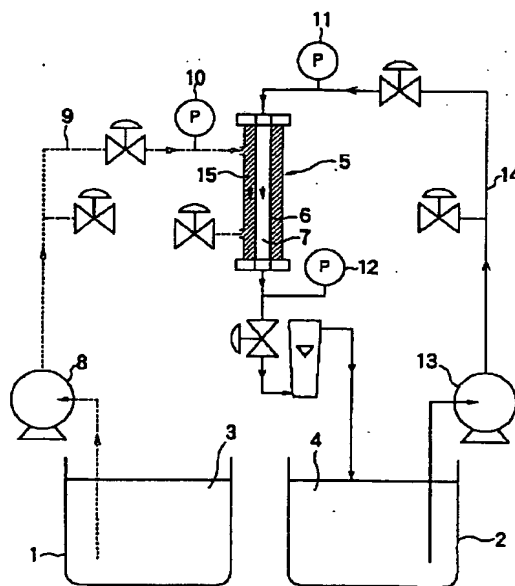
(21) 出願番号	特願平5-308315	(71) 出願人	000230249 日本メクトロン株式会社 東京都港区芝大門1丁目12番15号
(22) 出願日	平成5年(1993)12月8日	(72) 発明者	吉 村 良 一 茨城県牛久市小坂町1893-6
		(72) 発明者	三 上 光 幸 茨城県牛久市田宮町393-5 青雲寮
		(72) 発明者	赤 塚 孝 寿 茨城県牛久市南5-6-14
		(74) 代理人	弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

(54) 【発明の名称】 電気粘性流体の製法

(57) 【要約】

【目的】 粒度分布の狭い、粒子径の制御の容易な粒子を含む電気粘性流体を製造する方法を提供することを目的とする。

【構成】 疎水性、電気絶縁性液体からなる分散媒に親水性モノマーを分散させて逆ミセルあるいは油中水滴型マイクロエマルジョンをつくり、後上記モノマーを重合せしめて電気粘性流体を製造する方法において、前記分散の手段として膜乳化装置を用いることを特徴とする電気粘性流体の製法。



膜乳化装置略図

【特許請求の範囲】

【請求項 1】疎水性、電気絶縁性液体からなる分散媒に親水性モノマーを分散させて逆ミセルあるいは油中水滴型マイクロエマルジョンをつくり、後上記モノマーを重合せしめて電気粘性流体を製造する方法において、前記分散の手段として膜乳化装置を用いることを特徴とする電気粘性流体の製法。

【請求項 2】前記分散媒として疎水性電気絶縁性液体に有機官能基変性シリコンオイルを溶解させたものが用いられる請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】前記膜乳化装置における膜として多孔質ガラス膜が用いられる請求項 1 記載の方法。

【請求項 4】前記請求項 1 の方法で製造された電気粘性流体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新規な電気粘性流体の作製方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術と解決しようとする課題】電気粘性流体は、親水性の固体粒子からなる分散相で電気絶縁性の分散媒の中に分散せしめてなる懸濁液で、電場の作用の下、可逆的にその流体の粘度を変化させることのできるものであり、例えば自動車のエンジンマウント、クラッチ、ブレーキなどに用いられる。2 個の導電性部材の表面間にこの流体をおき、そこに電圧を印加することによりその流体に粘性の可逆的増減をおこさせて導電性部材が回転体の場合には、両部材表面間にトルクを制御して伝達させることができる。

【0003】このような電気粘性流体としては従来各種分散相からなるものが提案され、例えば多価アルコール粒子を分散させた流体（特開昭 51-33783 号公報）やアクリレート乃至メタクリレート系ポリマーの固体粒子を分散させた流体（特公昭 63-26151 号公報）などが知られている。

【0004】このように電気粘性流体の製造方法は種々提案されているが、本発明者らもさきに 1 ミクロン以下の微粒子を用いて十分な電気粘性効果による粘度変化を示す電気粘性流体を開発するべく研究して逆相懸濁重合法、逆乳化重合法などにより親水性ポリマー粒子を作製するに当り超音波を用いて分散させてマイクロエマルジョンをつくる方法を開発し特許出願した（特願平 5-145180 号）。

【0005】この方法によるときは粒子径 1 ミクロン以下にして且つシャープな粒度分布に制御されたマイクロエマルジョンがえられ、これから十分な電気粘性効果を有する電気粘性流体がえられる。

【0006】本発明者らはかかる逆相懸濁重合法、逆乳化重合法により電気粘性流体を製造する方法について更に研究を進めたところ、分散媒中に分散相を分散させて

エマルジョンをつくるに当って膜乳化装置を用いて分散させることにより、粒度分布の狭い粒子径の制御し易い粒子からなるマイクロエマルジョンを得、これより有効な電気粘性流体を得ることができることを見出して本発明に至ったものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】よって本発明は疎水性、電気絶縁性液体からなる分散媒に親水性モノマーを分散させて逆ミセルあるいは油中水滴型マイクロエマルジョンをつくり、後上記モノマーを重合せしめて電気粘性流体を製造する方法において、前記分散の手段として膜乳化装置を用いることを特徴とする電気粘性流体の製法を提供するものである。

【0008】以下、本発明について詳しく説明する。まず、本発明について分散媒として用いられる疎水性電気絶縁性液体としてシリコンオイル、トルエン、フッ素オイル等が用いられ、この中特にシリコンオイルが好んで用いられる。この分散媒には通常界面活性剤等の分散剤が加えられる。この分散剤としてはたとえば有機官能基変性シリコンオイルを用いるのが、好ましい。この変性シリコンオイルとしてはたとえば日本ユニカーkkから MAC2101 の商品名で市販されていたものがある。

【0009】かくて上記疎水性液体に、たとえば有機官能基変性シリコンオイルを約 1% 量溶解させて分散媒とする。

【0010】次にこの分散媒に分散相として分散される親水性モノマーとしては特に限定はないがアクリル酸、メタクリル酸またはこれらの金属塩等の親水性モノマーが好んで用いられる。通常このモノマーに対して更に架橋剤、重合開始剤等が用いられる。架橋剤としては例えば N、N'-メチレンビスアクリルアミドのような 2 官能性乃至多官能性の試薬が好んで用いられる。重合開始剤としてはたとえば過硫酸カリウムが用いられる。

【0011】このように疎水性電気絶縁性液体からなる分散媒に親水性モノマーからなる分散相を分散させる手段として、本発明では膜乳化装置を用いるのである。ここに膜乳化装置は微細な孔を有する多孔質膜、好ましくはシラスよりつくられたシラスポーラスガラス等の多孔質ガラス膜にモノマーを通して分散媒中に一定粒径の液滴からなるエマルジョンを得る装置である。上記シラスポーラスガラス（SPG）を用いる場合、ガラス膜本体中の細孔径はシラス原料の熱処理温度と処理時間によって調整することができる。通常この細孔径は 0.03～10 ミクロンの大きさを有する。SPG 膜を通して液滴を形成する場合、膜孔径の約 3 倍の大きさになる。よって、所定の大きさの液滴を得るには、SPG 膜の孔径を制御することで可能である。

【0012】かかる膜乳化装置の一例の略図を図 1 に示す。この図において、容器 1、2 には夫々モノマー 3、分散媒 4 が充填されている。5 は多孔質ガラス膜モジュ

ールである。

【0013】乳化の操作は以下の手順で行う。

- ① まず分散媒4をポンプ13で経路14に供給し、膜モジュール5に通す。
- ② 分散媒4は膜モジュール5内の膜6の内側7を通る。
- ③ 膜モジュール5を出た分散媒4は再び容器2に戻る。
- ④ 分散媒4をたえず循環させておく。
- ⑤ モノマー3を加圧ポンプ8で経路9に供給し膜モジュール5に通す。
- ⑥ モノマー3は膜モジュール5内の膜6の外側15を通る。このときモノマー3と分散媒4は膜6で分けられている。
- ⑦ 圧力計10をみながら徐々に加圧していくと、ある圧力で膜6を通してモノマー3が分散媒4中へ入り、均一なマイクロエマルジョンを形成する。
- ⑧ モノマーがなくなるまで供給する。分散媒は循環させておく。
- ⑨ 以上の操作により均一な液滴径のマイクロエマルジョンが得られる。

図1において11, 12は圧力計である。

【0014】このようにしてえられた分散液を用いて重合した後調整して作製された電気粘性流体は粒度分布の狭いかつ粒子径の制御しやすい粒子を分散相とし、十分な電気粘性効果を有している。

【0015】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが、本発明の範囲がこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0016】容量2000cm³のビーカーに信越化学工業(株)製KF56(フェニルシリコンオイル)を1500cm³入れた。次に分散剤の日本ユニカー(株)M

AC2101 15.00gをシリコンオイルに溶解させた。これを「分散媒」とする。

【0017】次にアクリル酸(和光純薬工業(株)製)18.8gに30.8gの水酸化ナトリウム(和光純薬工業(株)製)25.4%水溶液で氷冷しつつ中和し、アクリル酸ナトリウム水溶液に調整した後室温に戻した。これを「モノマー」とする。

【0018】添付図1の膜乳化装置の容器1に「分散媒」を、容器2に「モノマー」をそれぞれ入れる。「分散媒」を循環させながら「モノマー」を適当な条件で加圧しつつ多孔質膜モジュール5の細孔径約0.2ミクロンのSPG膜6を通して液滴を形成させた。形成させた液滴の粒度分布を図2に示す。これにより粒度分布の狭い液滴のマイクロエマルジョンのえられていることが明らかであろう。図2において●は液滴の度数分布を、○はその積算値分布を示す。

【図面の簡単な説明】

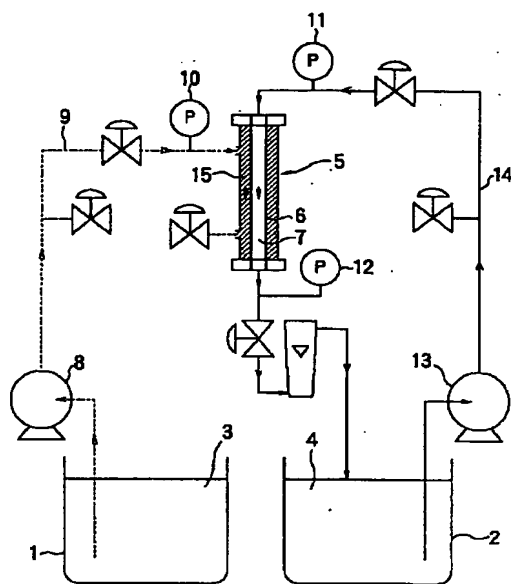
【図1】膜乳化装置略図

【図2】膜乳化装置による生成液滴の粒度分布測定結果を示すグラフ

【符号の説明】

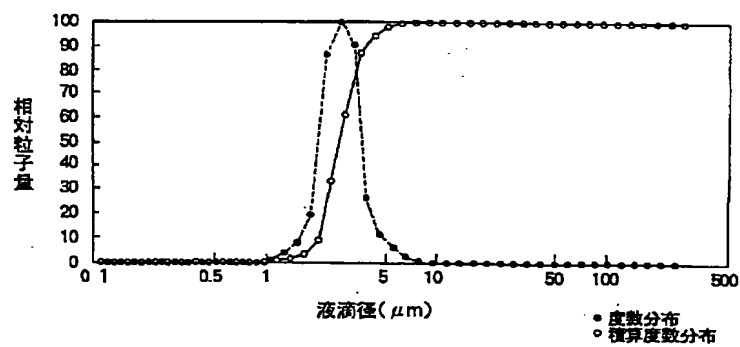
- 1, 2 容器
- 3 親水性モノマー
- 4 分散媒
- 5 多孔質ガラス膜モジュール
- 6 膜(SPG膜)
- 7 膜内部
- 8 加圧ポンプ
- 9 モノマー経路
- 10, 11, 12 圧力計
- 13 供給ポンプ
- 14 分散媒経路
- 15 膜外部

【図 1】



膜乳化装置略図

【図 2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

C 1 0 N 40:04

70:00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所